

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 81-172852

(43)Date of publication of application : 04.08.1986

(51)Int.Cl.

C07C 69/36
C07C 68/06
// B01J 31/04

(21)Application number : 80-013499

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 29.01.1985

(72)Inventor : HARANO YOSHIYUKI

(54) PRODUCTION OF DIPHENYL CARBONATE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a compound useful as a raw material for synthesizing a polycarbonate in high quality easily without fear of coloring, by reacting a dialkyl carbonate with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate.

CONSTITUTION: A dialkyl carbonate shown by the formula $(R-O)_2C=O$ (R is 1W10C alkyl) is reacted with phenol in the presence of an ester exchange reaction catalyst consisting essentially of ferric acetate at 100W200° C, preferably at 150W250° C to give the aimed diphenyl carbonate. A molar ratio of the dialkyl carbonate and phenol is preferably 1:1W1:10, and the amount of the catalyst used is 0.001W10mol/l, preferably 0.01W0.1mol/l based on the whole reaction mixture.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭61-172852

⑫ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)8月4日

C 07 C 69/96

Z-7055-4H

// B 01 J 31/04

7158-4G 審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 炭酸ジフェニルの製造方法

⑮ 特 願 昭60-13499

⑯ 出 願 昭60(1985)1月29日

⑰ 発 明 者 原 野 嘉 行 姫路市余部区上余部500番地

⑱ 出 願 人 ダイセル化学工業株式 堺市鉄砲町1番地
会社

明 細 書

(従来技術およびその問題点)

1. 発明の名称

炭酸ジフェニルの製造方法

2. 特許請求の範囲

一般式(Ⅰ)の、 $C_{10}H_8$ (式中RはC₁~C₄アルキル基である)で示される炭酸ジアルキルをフェノールでエステル交換反応させる事により炭酸ジフェニルを製造する方法において、炭酸第2族を主体とする、エステル交換反応触媒を使用する事を特徴とする炭酸ジフェニルの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は炭酸ジアルキル例えば炭酸ジメチルをフェノールでエステル交換^{反応}させる事により炭酸ジフェニルを製造する方法に関するものであり、炭酸ジフェニルはポリカーボネートの合成原料として使用され工業的に非常に重要である。

炭酸ジアルキル^{フェノール}でエステル交換する反応において使用されるエステル交換反応触媒については多くの研究がなされ種々の触媒系が提唱されているがそのほとんどは触媒の反応活性あるいは目的生成物の選択性という面で問題がある。これ等の中で工業的に実用のあるのは特開昭59-133394号に記載されているチタン化合物であり反応活性、選択性の面で優れた触媒が期待できる。しかしながら、チタン化合物から成る触媒を使用する場合、これらが最終目的物例えばポリカーボネート^に帯色の着色を起すという欠点を有する。又特開昭54-48733号に記載されている、炭化合物を触媒とする場合も炭酸のチタン化合物と同様な反応活性、選択性を有するが同時に炭酸ジフェニルとはほぼ同程度の黒点を持つ不純物を副生し、この不純物が炭酸ジフェニル中に混入する事により、最終目的物の着色を起すという欠点を有する。

(発明の目的)

従って本発明の目的は前述のチタン化合物や錫化合物と同等の反応活性及び選択性を有しかつ最終目的物の着色を起さない触媒を提供する事にある。

(発明の構成)

即ち本発明は炭酸ジ・アルキルをフェノールでエステル交換反応する事により、炭酸ジ・フェニルを製造する方法に於いて酢酸第2鉄を主体とするエステル交換反応触媒を使用する事により前記欠点なしに炭酸ジ・フェニルの製造を容易にならしめる。

本発明の方法に於いて好ましい炭酸ジ・アルキルは由式に

$(R-O)_2-C=O$ (式中 R は C₁ ~ C₁₀-アルキル基である) 出
相当するアルキル基であり、炭酸ジ・メチル、炭酸ジ・エチル、炭酸ジ・プロピル、炭酸ジ・イソプロピル、炭酸ジ・ブチル、炭酸ジ・オクチル等である。

や錫化合物を触媒として用いた場合とはほぼ同等の反応活性及び選択性で炭酸ジ・フェニルを製造する事が出来、かつ錫化合物を触媒として用いた場合に副生する炭酸ジ・フェニルとはほぼ同じ位の純度を有する不純物の生成が少なくポリカーボネートの原料として優れた品質の炭酸ジ・フェニルを容易に製造する事が出来る。

(実施例)

実施例 1

2.0 重量部ガフコ酸オールダジ・メタンの塩にフェノール 2 mol、炭酸ジ・メチル 0.5 mol、ベンゼン 50 ml、酢酸第2鉄 0.05 mol を仕込み反応装置を行なった。精留部より生成するメタノールとベンゼンをバッチ的に留出しながら長時間反応装置を実施した。

この間の蒸留部の温度は 155℃ ~ 185℃ で操作した。加熱を停止した後生成物中にはメチル・フェニルカーボネート 1.4 重量パーセント、炭酸ジ・フェニル 8.3 重量パーセント、炭酸ジ・メチル 0.3 重量パーセント、

炭酸ジ・アルキルとフェノールの比率は任意の比率で変える事が可能であるが好ましくはモル比で 1 : (1 ~ 1.1) : 1.0 で行なり。炭酸ジ・アルキルとフェノールのエステル交換反応は通常平衡反応であり反応をより進行させる目的で生成物の一部例えば生成するアルコールを連続的あるいはバッチ的に除去しながら実施する。反応温度は通常 100 ~ 300℃ で好ましくは 150 ~ 250℃ で実施され、仕込原料及びその組成、反応能力等により決定される。

本発明で使用する酢酸第2鉄を主体とする触媒はその製法等にもよるが通常少量の NO_x、H₂、H₂O 等を含有している。触媒は通常全反応混合物に対し 0.001 ~ 1.0 mol/l、好ましくは 0.01 ~ 0.1 mol/l 添加する。

(発明の効果)

本発明は炭酸ジ・アルキルとフェノールのエステル交換反応触媒として酢酸第2鉄を主体とする触媒を用いる事によりチタン化合物や錫化合物を触媒として用いた場合とはほぼ同様の

と、炭酸ジ・フェニルとはほぼ同じ純度を有する不純物 0.1 重量パーセントが含まれていた。

比較例 1

触媒としてジ・カーブチルスズオキサイド 0.025 mol を使用して実施例 1 と同様の反応装置を行なった。加熱停止後の生成物中にはメチル・フェニルカーボネート 1.4 重量パーセント、炭酸ジ・フェニル 8.4 重量パーセント、炭酸ジ・メチル 0.3 重量パーセント、炭酸ジ・フェニルとはほぼ同じ純度を有する不純物 0.5 重量パーセントが含まれており実施例 1 と比較し約 5 倍の好ましくない不純物が生成している。

比較例 2

触媒としてテトラブチルチタニウム 0.025 mol を使用して実施例 1 と同様の反応装置を行なった。加熱停止後の生成物中にはメチル・フェニルカーボネート 1.2 重量パーセント、炭酸ジ・フェニル 8.9 重量パーセント、炭酸ジ・メチル 0.3 重量パーセント、炭酸ジ・

一、下列各题中，只有一个选项是正确的，请将正确选项的字母填在括号内。

[illegible]

✶ ✶ ✶ ✶

このように、我々が「文化の創造」を、知識の創造と価値の創造の二つの創造と捉えているのは、知識の創造と価値の創造の二つの創造が、文化の創造の二つの創造と捉えているのと同じである。

總 經 理 人 員 分 別 為 ：

[illegible]

2005 年 9 月 31 日

Figure 1

2. 数据流图

[illegible]

*** 2 = 20 ***

50 第 4 章 第 5 节

44-38861-10000

大英百科全书

● ● ● ● ●

45000

◆ ◆ ◆ ◆ ◆

95 440 000

886 9575

一、鐵道の發達は、交通の便を益し、産業の發達を促す。故に、鐵道の發達は、國家の富強に大に關する。故に、鐵道の發達は、國家の富強に大に關する。故に、鐵道の發達は、國家の富強に大に關する。

「特許請求の範囲」を「一般式 $(R-O), -O-R$ (式中 R は $C_1 \sim C_{10}$ のアルキル基である) で示される炭酸ジアルキルをフェノールでエステル交換反応することにより炭酸ジフェニルを製造する方法において、炭酸第 2 級を主体とするエステル交換反応触媒を使用することを知能とする炭酸ジフェニルの製造方法。」とする。

素数の環は整環の環の素、以下から行の
「(B-0), -0 = 0 (対称性 C-0, -)」を
「(B-0), -0 = 0 (対称性 C-0, 0)」の訂
正が、

國産ずばり4号の「アルキル酸」を「炭酸アルキル」に製造する。